

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 57-211239

(43)Date of publication of application : 25.12.1982

(51)Int.Cl.

H01L 21/312

(21)Application number : 56-096128

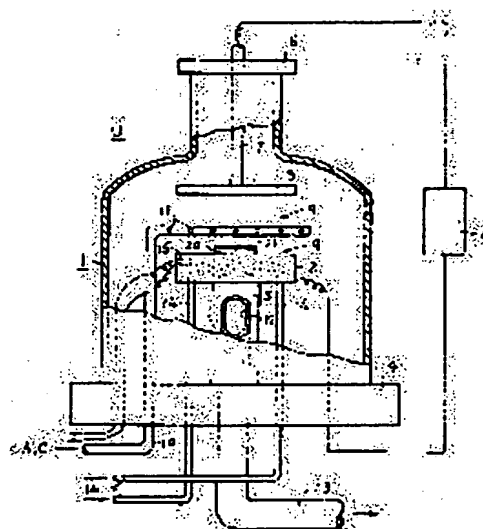
(71)Applicant : NIPPON TELEGR & TELEPH CORP
<NTT>

(22)Date of filing : 22.06.1981

(72)Inventor : HIRATSUKA HIROAKI
OKADA TAKESHI
KATAYAMA YUZO**(54) FORMATION OF INSULATING FILM****(57)Abstract:**

PURPOSE: To enable to form an insulating film in a high speed having high thermal resistance, and moreover having superior oxidation resistance and permeation resistance by a method wherein oxygen is made to be contained in carrier gas to be used together with organic Si compound gas.

CONSTITUTION: A semiconductor device constituting body 20 is put on an electrode 2 in a vessel 1, and the organic Si compound a is supplied together with carrier gas C through a gas supply pipe 10 and nozzles 11 into the region 9 between the electrodes 2, 3 exhausting the inside of the vessel 1 through an exhaust pipe 13. Glow discharge is made to be generated applying a high frequency voltage from a high frequency electric power source 8 between the electrodes 2, 3 in this condition, and the insulating film 21 is formed on the surface of the constituting body 20 by the plasma polymerization method. At this case, rare gas containing oxygen is used as the carrier gas C. Accordingly the insulating film having high thermal resistance, and moreover having superior oxidation resistance and permeation resistance can be formed with extremely high speed.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

BEST AVAILABLE COPY

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-211239

① Int. Cl.³
H 01 L 21/312

識別記号

庁内整理番号
7739-5F

⑬ 公開 昭和57年(1982)12月25日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑭ 絶縁膜形成法

① 特 願 昭56-96128

② 出 願 昭56(1981)6月22日

③ 発 明 者 平塚廣明
茨城県那珂郡東海村大字白方字
白根162番地日本電信電話公社
茨城電気通信研究所内

④ 発 明 者 岡田武司

⑤ 発 明 者 片山祐三
茨城県那珂郡東海村大字白方字
白根162番地日本電信電話公社
茨城電気通信研究所内

⑥ 出 願 人 日本電信電話公社

⑦ 代 理 人 弁理士 田中正治

明 細 書

1. 発明の名称 絶縁膜形成法

2. 特許請求の範囲

有機シリコン化合物ガスをキャリアガスと共に用いたプラズマ重合法によつて絶縁膜を形成する絶縁膜形成法に於て、上記キャリアガスに酸素を含ませる事を特徴とする絶縁膜形成法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は半導体装置に於ける層間絶縁膜、パッシベーション膜等の絶縁膜を形成する絶縁膜形成法に関する。

新規絶縁膜形成法として従来、有機シリコン化合物ガスをキャリアガスと共に用いたプラズマ重合法によつて絶縁膜を形成するという方法が提案されている。

斯るプラズマ重合法による絶縁膜形成法は、CVD法やプラズマCVD法による絶縁膜形成法に於て比し格段的に低い温度で絶縁膜を形成することが出来、従つて絶縁膜を、それが附される半導体装置構成体の特性を劣化せし

めることなしに形成することが出来、又CVD法やプラズマCVD法による絶縁膜形成法の場合に比し格段的に速い速度で絶縁膜を形成することが出来、従つて所期の厚さを有する絶縁膜を短時間で形成することが出来るといふ特徴を有する。

然し乍ら、上述せるプラズマ重合法による絶縁膜形成法に於て、従来の場合、絶縁膜を耐熱性の高いものとして得ることが出来ないという欠点を有していた。

依つて本発明は上述せるプラズマ重合法によつて絶縁膜を形成するものであるが、上述せる欠点のない新規な絶縁膜形成法を提案せんとするもので、以下詳述する所より明らかとなるであらう。

第1図に於てUは本発明による絶縁膜形成法を実施するに用いる装置の一例を示し、容器1を有する。この容器1内には、相対向する電極2及び3が、電極2をして容器1の底板4に直立せる支柱5上に取付けられ、電極3をして移

図1の基板6に外部に延長する如く直立せる支持導体棒7の遊端に取付けられてなる絶縁を以つて配され、而してこれ等電極2及び3間に外部の高周波電源8より高周波が印加される様になされている。

一方容器1内の電極2及び3間の領域9に、外部より、基板4を貫通して延長せるガス供給管10及びその遊端に連結され且電極2及び3間の領域9に対向せる複数のノズル11を介して、有機シリコン化合物ガス(これを一般にAとする)がキャリアガス(これを一般にCとする)と共に供給される様になされ、又容器1内が基板4を貫通し且支柱5内を過つてその支柱5の外表面に開口12を以つて開口せる排気管13を介して排気される様になされ、更に電極2がそれに容器1外より延長せる冷却水循環パイプ14によつて冷却される様になされ、尚更に電極2の温度が、外部より電極2に設置せる温度検出素子15を介して測定される様になされている。

本発明による絶縁膜形成法の一例に於ては、上述せる装置Uを用いて、その電極2上に半導体装置構成体20を製造し、電極2を冷却水循環パイプ14を介して冷却せる状態で、然し乍ら電極2及び3間の領域9に有機シリコン化合物ガスA及びキャリアガスCを供給せざる状態で、容器1内を排気管13を介して 10^{-3} torr 以下しくは 10^{-3} torr 以下の圧力となる如く排気して後、容器1内の排気管13を介しての排気をなし乍ら、電極2及び3間の領域9内に、ガス供給管10及びノズル11を介して有機シリコン化合物Aを、キャリアガスCと共に容器1内が0.05~5 torr 就中0.1~2 torr の圧力に保たれる如く供給し、この間電極2及び3間に高周波電源8より5~100 (W) の高周波を印加して領域9にグロー放電を生ぜしめ、斯くて半導体装置構成体20の表面上に、プラズマ重合法によつて、絶縁膜21を形成した。

この場合有機シリコン化合物ガスとして、ペンタメチルシクロペンタシロキサン、

1,3,5-トリビニール-1,3,5-トリメチルシクロトリシロキサン、ヘキサフェニルシクロトリシロキサン、テトラメチルジシロキサン、1,3-ジビニールテトラメチルジシロキサン、ヘキサエトキシジシロキサン、テトラエトキシシラン、テトラメトキシシラン、テトラアリロキシシラン、トリエトキシシラン、トリエトキシジクロロシラン、フェニルトリエトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、ビニールエトキシシラン、ヘキサメチルジシロキサン、メチルトリメトキシシラン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、トリエトキシビニールシラン、テトラメチルシラン、トリメチルクロロシラン等を用いた。又キャリアガスCとして、酸素を含むアルゴン、ヘリウム等の貴ガスを用いた。

然るときは、絶縁膜21がSi-O結合を多く含む構造を有するものとして得られ、この為絶縁膜21が従来のプラズマ重合法による絶縁膜形成法により得られる絶縁膜に比し格段的に

高い耐熱性のものであり得た。又絶縁膜21が $10^{15} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上の比抵抗を有するものとして得られた。尚斯る絶縁膜21は、温度検出素子15を介して測定せる電極2の温度従つて半導体装置構成体20の温度が45℃~65℃である範囲にある状態で、350 Å~450 Å/分の絶縁膜形成速度で得られた。

上述せる如く第1図にて上述せる装置Uを用いた本発明による絶縁膜形成法によれば、絶縁膜21を高い耐熱性を有するものとして得ることが出来るものであるが、このことは、有機シリコン化合物ガスAとしてオクタメチルシクロテトラシロキサンのガスを用い、又キャリアガスCとしてモル比で1:1のアルゴンガスと酸素ガスとの混合ガスを用い、而してこの場合の有機シリコン化合物ガスを電極2及び3間の領域9に、100 cc/分の流量を以つて供給して容器1内を1.5 torr の圧力とし、一方電極2及び3間に与える高周波を周波数13.56 MHz、電力10 Wを有するものとして、その高周波を

電極2及び3間に約10分間印加するという絶縁膜形成条件で絶縁膜21を得。その絶縁膜21の赤外線吸収スペクトルを測定した所、第2図にて実験図示の曲線Aで示されている結果が得られたこと、又斯る結果の得られた絶縁膜21の赤外線吸収スペクトルを、窒素ガス雰囲気中で500℃の温度による加熱を1時間なして後、測定した所、第2図にて実験図示の曲線Aで示されている結果と殆んど変らない結果が得られたこと、更に斯く加熱された絶縁膜21と加熱される前の絶縁膜21との間に厚さの変化が殆んどみられなかつたこと、然し乍らヤリアガスCとして酸素を含まざるアルゴンガスを用いることを除いては、上述せると全く同じ絶縁膜形成条件で絶縁膜を得、その絶縁膜の赤外線吸収スペクトルを測定した所、第2図にて点線図示の曲線Bで示されている結果が得られたこと、又斯る結果の得られた絶縁膜の赤外線吸収スペクトルを、上述せる場合と全く同様の窒素ガス雰囲気中で500℃の温度によ

る加熱を1時間なして後、測定した所、第2図にて点線図示の曲線Bで示されている結果が得られたこと、更に斯く加熱された絶縁膜と加熱される前の絶縁膜との間には前者の厚さが後者の厚さの1/5となつてゐるという変化がみられたことよりして明らかであろう。

又本発明による絶縁膜の形成法によれば、絶縁膜21を優れた耐酸化性及び耐透湿性を有するものとして得ることが出来るものである。このことは第2図にて曲線Aで示される赤外線吸収スペクトルの得られる絶縁膜でみて、時間に対する耐酸化性及び耐透湿性を表わす隠ぺい効果を測定した所、常温、常湿に於て、第3図にて曲線C1で示されている結果が、又温度600℃、湿度80%RHという高温、高湿に於て第3図にて曲線C2で示されている結果が得られたことよりしても明らかであろう。尚第3図に示す隠ぺい効果は絶縁膜をCo 蒸着膜上に形成し、その飽和酸化の低下でみたものである。

上述せる如く本発明による絶縁膜形成法によ

れば、有機シリコン化合物ガスと共に用いるヤリアガスに単に酸素を含ませるだけで、目的とせる絶縁膜を、45℃～65℃の如き低い温度で、しかも350～450Å/分の如き速い絶縁膜形成速度で、高い耐熱性を有し且優れた耐酸化性及び耐透湿性を有するものとして得ることが出来る等の大なる特徴を有するものである。

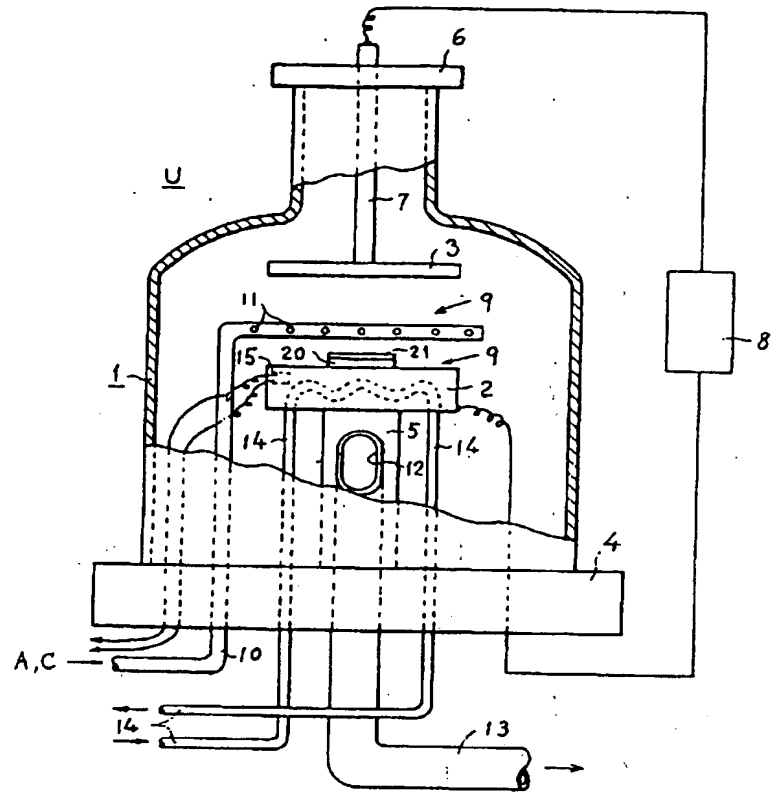
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明による絶縁膜形成法の一例及びそれに用いる装置の一例を示す略図、第2図は絶縁膜の赤外線吸収スペクトルを示す図、第3図は絶縁膜の耐酸化性及び耐透湿性を示す図である。

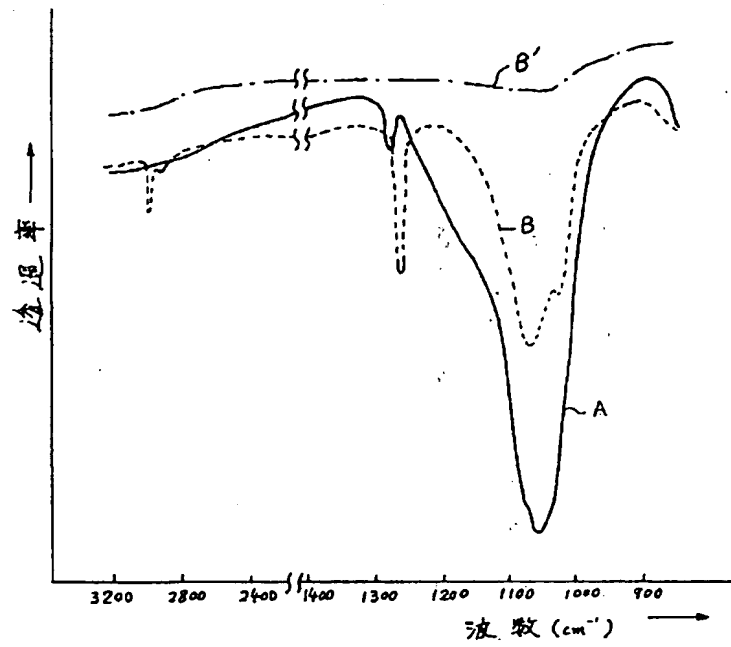
図中1は容器、2及び3は電極、5は支柱、7は支持媒体棒、8は高周波電極、9は傾板、10はガス供給管、11はノズル、12は開口、13は排気管、15は温度検出素子を夫々示す

出願人 日本電信電話公社

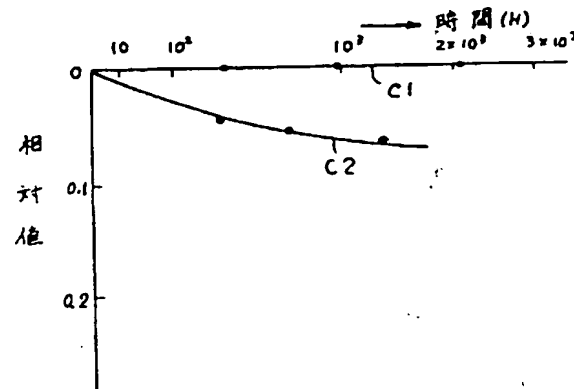
第 1 図



第 2 図



第 3 図



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.